

Taxol semi-synthesizing technology**Publication number:** CN1241565 (A)**Publication date:** 2000-01-19**Inventor(s):** ZHANG HONGJIE [CN]**Applicant(s):** KUNMING INST OF BOTANY ACADEMI [CN]**Classification:**

- international: C07D305/14; C07D305/00; (IPC1-7): C07D305/14

- European:

Application number: CN19991006861 19990524**Priority number(s):** CN19991006861 19990524**Abstract of CN 1241565 (A)**

To overcome the demerit of available technology, one chemical compound 7-(1 beta Xylosyl)-10-deacetyl taxol which is contained in Taxus plants in the content higher than that of available Taxad alcohol precursor is found out and separated out. Through the semi-synthesizing process of the present invention, the said compound is converted into 10-Deacetyl baccatin III, one compound with application possibility. The present invention makes it possible to utilize the resource of Taxus plants fully.

Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

Abstract of CN1241565

To overcome the demerit of available technology, one chemical compound 7-(1 beta Xylosyl)-10-deacetyltaxol which is contained in Taxus plants in the content higher than that of available Taxad alcohol precursor is found out and separated out. Through the semi-synthesizing process of the present invention, the said compound is converted into 10-Deacetylbaccatin III, one compound with application possibility. The present invention makes it possible to utilize the resource of Taxus plants fully.

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁷

C07D305/14

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 99106861.0

[43]公开日 2000 年 1 月 19 日

[11]公开号 CN 1241565A

[22]申请日 1999.5.24 [21]申请号 99106861.0

[71]申请人 中国科学院昆明植物研究所

地址 650204 云南省昆明市黑龙潭

[72]发明人 张宏杰

[74]专利代理机构 云南协立专利事务所

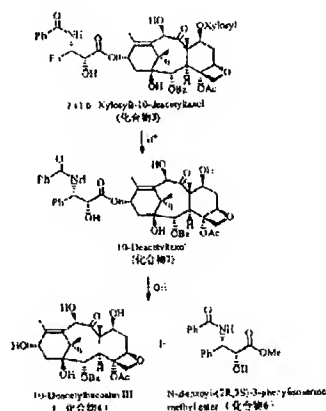
代理人 马晓青 吴 平

权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图页数 11 页

[54]发明名称 紫杉醇半合成工艺

[57]摘要

本发明针对现有技术的缺点,寻找和分离到一种在红豆杉植物中含量高于已有 紫杉醇前体的化合物 7-(1 β -Xylosyl)-10-deacetyltaxol,通过本发明的半合成工艺将该化合物转换为有高度利用价值和广泛应用前景的 10-Deacetylbaccatin III,使得红豆杉资源的利用得以更好地发挥。提高了紫杉醇资源的利用率。



ISSN 1008-4274

1、紫杉醇半合成工艺，其特征是将红豆杉植物树皮用 95%乙醇在 60℃ 温度下浸泡提取三次，合并提取液蒸去乙醇并加入少量水，经石油醚分配后，再用氯仿分配，氯仿萃取液蒸干得到的浸膏用硅胶拌匀上硅胶柱，用氯仿：丙酮梯度洗脱，得化合物 7- (1 β -Xylosyl) -10-deacetyltaxol 的白色沉淀；将上述化合物溶于甲醇，加入 1N 的 HCl 溶液和催化剂 LX-97615，40℃下搅拌 6 小时，反应液中加入 1N 的 NaOH 溶液以中和过量的 HCl，反应物用二氯甲烷萃取三次，合并萃取液后用 Na₂SO₄ 无水干燥 24 小时，回收二氯甲烷溶剂，所得反应产物上硅胶柱，收集氯仿：丙酮（8:2）洗脱部分，回收溶剂至干得化合物 10-deacetyltaxol；然后将所得化合物溶于甲醇，加入 0.6M 的 NaHCO₃ 水溶液，室温下搅拌后，加入 1N 的 HCl 中和反应液，反应物用二氯甲烷萃取三次，合并萃取液后用无水 Na₂SO₄ 干燥 24 小时，回收二氯甲烷溶剂，所得反应产物上硅胶柱层，收集氯仿：丙酮（7:3）洗脱部分，回收溶剂至干得化合物 10-Deacetylbaccatin III；最后用常规合成方法得紫杉醇。

紫杉醇半合成工艺

紫杉醇 (Paclitaxel) 是一新奇的二萜化合物, 它是 1971 年由美国人从短叶红豆杉 (*T.brevifolia*) 植物中分离得到的高抗癌活性物质。由于紫杉醇独特的抗癌机制以及高的抗癌活性, 它被认为是天然药物领域中最重要和最令人兴奋的抗癌活性物质。美国国立肿瘤研究院对紫杉醇进行的二期临床试验显示其治疗乳腺癌、肺癌特别是卵巢癌病人方面有显著疗效; 此后美国经十几年的努力终于 1992 年 12 月底将紫杉醇推出作为治疗晚期卵巢癌病人的药物, 并于 1994 年 4 月追加其为治疗晚期乳腺癌的药物。虽然紫杉醇已在美国被批准成药, 但是由于红豆杉资源的缺乏, 且红豆杉植物中紫杉醇含量低, 导致了紫杉醇的供应不足。为了解决这一困难, 国际上在不同领域展开了寻找新的紫杉醇资源的研究, 例如有机化学家利用合成、半合成等方法合成了紫杉醇以及其它一些抗癌活性与紫杉醇类似的化合物; 生物学家也通过组织培养的方法得到了紫杉醇。但是, 以上这些方法都还没有大规模提供紫杉醇的可能; 所以继续寻找新的紫杉醇资源及通过半合成方法合成紫杉醇或其新的高抗癌活性类似物仍然十分迫切。同时, 目前现有技术对红豆杉成分的利用仅限于紫杉醇、Baccatin III、10-Deacetylbaccatin III 等少数几个化合物 (见 J.N.Denis, A.E.Greene, D.Guenard, F.Gueritte-Voegelein, L.Mangatal and P.Potier. *J.Am.Chem.Soc.*, 110, 5917(1998))。而红豆杉中其它大量的紫杉烷类化合物却被浪费了或被遗忘了。本发明针对现有技术的缺点, 寻找和分离到一种在红豆杉植物中含量高于已有紫杉醇前体的化合物, 通过本发明的半合成工艺将该化合物转换为有高度利用价值和广泛应用前景的 10-

Deacetylbaccatin III，使得红豆杉资源的利用得以更好地发挥。提高了紫杉醇资源的利用率。

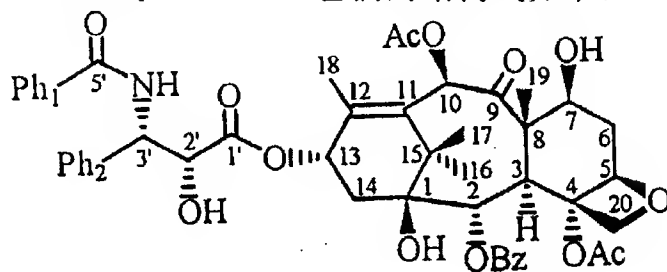
本发明的目的是提供一种以在红豆杉植物中含量较高的化合物 7-(1 β -Xylosyl)-10-deacetyltaxol 为前体的紫杉醇半合成工艺。该工艺具有原料新、可充分利用红豆杉资源的优点。

为了达到本发明的目的，本发明提供了如下技术方案：

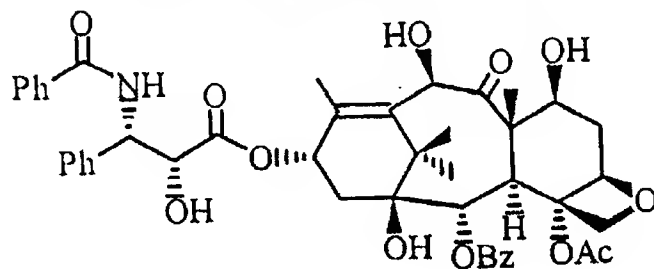
紫杉醇半合成工艺，将红豆杉植物树皮用 95%乙醇在 60℃温度下浸泡提取三次，合并提取液蒸去乙醇并加入少量水，经石油醚分配后，再用氯仿分配，氯仿萃取液蒸干得到的浸膏用硅胶拌匀上硅胶柱，用氯仿：丙酮梯度洗脱，得化合物 7-(1 β -Xylosyl)-10-deacetyltaxol 的白色沉淀；将上述化合物溶于甲醇，加入 1N 的 HCl 溶液和催化剂 LX-97615，40℃下搅拌 6 小时，反应液中加入 1N 的 NaOH 溶液以中和过量的 HCl，反应物用二氯甲烷萃取三次，合并萃取液后用 Na₂SO₄ 无水干燥 24 小时，回收二氯甲烷溶剂，所得反应产物上硅胶柱，收集氯仿：丙酮（8:2）洗脱部分，回收溶剂至干得化合物 10-deacetyltaxol；然后将所得化合物溶于甲醇，加入 0.6M 的 NaHCO₃ 水溶液，室温下搅拌后，加入 1N 的 HCl 中和反应液，反应物用二氯甲烷萃取三次，合并萃取液后用无水 Na₂SO₄ 干燥 24 小时，回收二氯甲烷溶剂，所得反应产物上硅胶柱层，收集氯仿：丙酮（7:3）洗脱部分，回收溶剂至干得化合物 10-Deacetylbaccatin III；最后用常规合成方法得紫杉醇。

为了更好地叙述本发明，以下用化合物 1、化合物 2、化合物 3、化合物 4 和化合物 6 分别代表 Paclitaxel（紫杉醇）、10-deacetyltaxol、7-(1 β -Xylosyl)

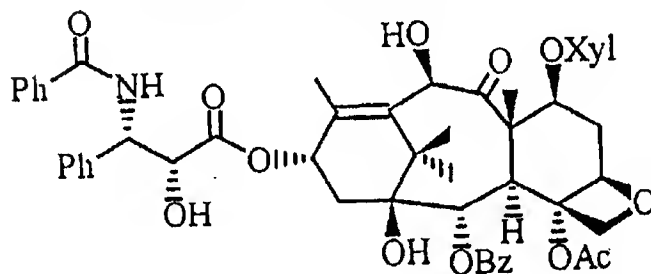
-10-deacetyltaxol 、 10-Deacetylbaaccatin III 和 N-Benzoyl-(2R,3S)-3-phenylisoserine methyl ester, 它们的结构式如下:



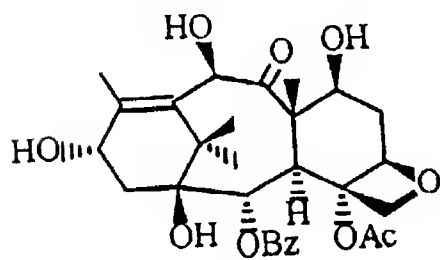
化合物1: 紫杉醇 (Paclitaxel)



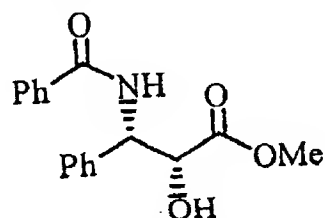
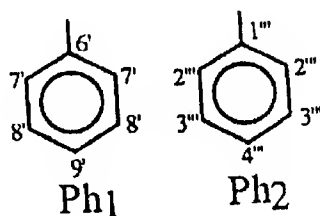
化合物2: 10-Deacetyltaxol



化合物3: 7-(1β-Xylosyl)-10-deacetyltaxol



化合物4: 10-Deacetylbaaccatin III



N-Benzoyl-(2R,3S)-3-phenylisoserine methyl ester (化合物6)

为了更好地理解本发明，下面结合附图用实施例来进一步说明本发明的实质性内容和有益效果，但本发明的技术方案并不局限于此。

图 1 为化合物 3 合成化合物 4 的工艺流程图；

图 2 为化合物 2 的 EIMS 谱图；

图 3 为化合物 2 的 FABMS 谱图；

图 4 为化合物 2 的 ^1H NMR 谱图；

图 5 为化合物 2 的 ^{13}C NMR 和 DEPT 谱图；

图 6 为化合物 4 的 ^1H NMR 谱图；

图 7 为化合物 4 的 ^{13}C NMR 谱图；

图 8 为化合物 4 的 DEPT 谱图；

图 9 为化合物 6 的 EIMS 谱图；

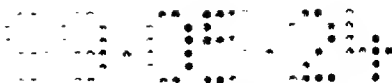
图 10 为化合物 6 的 ^1H NMR 谱图；

图 11 为化合物 6 的 ^{13}C NMR 谱图。

实施例 1：

1、化合物 3 (7- (1 β -Xylosyl) -10-deacetyltaxol) 的分离提取：取红豆杉 (*Taxus yunnanensis*) 树皮 10 公斤，用 95%乙醇在 60℃温度下浸泡提取三次，每次 24 小时，合并提取液蒸去乙醇并加入少量水，经石油醚分配后，再用氯仿分配，氯仿萃取液蒸干得到的 100 克浸膏用 170 克硅胶拌匀上柱胶柱，用氯仿：丙酮梯度洗脱，用薄层层析法追踪所需的化合物 3，氯仿：丙酮 (7:3) 洗脱得化合物 3 的白色沉淀，经甲醇生结晶得到 1.12 克纯度大于 95% 的化合物 3。

2、由化合物 3 转化为化合物 2 (10-deacetyltaxol)： 取 94.3 毫克化合物 3 溶



于 50 毫升甲醇,加入 1N 的 HCl 溶液 10 毫升和 20 毫克催化剂 LX-97615, 40℃下搅拌 6 小时, 反应液中加入 9.5 毫升 1N 的 NaOH 溶液以中和过量的 HCl, 反应物用 200 毫升二氯甲烷萃取三次, 合并萃取液后用 Na_2SO_4 无水干燥 24 小时, 回收二氯甲烷溶剂, 所得反应产物上硅胶柱, 收集氯仿: 丙酮 (8:2) 洗脱部分, 回收溶剂至于得 65.3 毫克化合物 2。

3、化合物 2 转化为化合物 4 (10-Deacetylbaecatin III): 取 40.55 毫克化合物 2 溶于 10 毫升甲醇, 加入 0.6M 的 NaHCO_3 水溶液 2.5 毫升, 室温下搅拌 10 分钟后, 加入 0.5 毫升 1N 的 HCl 中和反应液, 反应物用 50 毫升二氯甲烷萃取三次, 合并萃取液后用无水 Na_2SO_4 干燥 24 小时, 回收二氯甲烷溶剂, 后得反应产物上硅胶柱层, 收集氯仿: 丙酮 (7:3) 洗脱部分, 回收溶剂至干, 丙酮重结晶得 20.5 毫克化合物 4。

4、用常规合成方法从化合物 4 得化合物 1 (Paclitaxel)。

从实验结果可以得出本发明的优益效果是：红豆杉植物中含量仅有十万分之五左右，而化合物 3 的含量可高出一个数量级，本发明以化合物 3 为合成前体，通过化学方法将它转换成化合物 4，使这个在红豆杉植物中含量较高的化合物转变为可应用的化合物，从而达到充分利用红豆杉资源的目的。同时在化学合成中，由于化合物 3 比紫杉醇的 C-7 位多一个木糖基和 C-10 位少一个乙酰基，由化合物 3 去木糖基即可合成到化合物 2，进一步酯解可得到化合物 4，化合物 4 是目前现有技术中用于合成紫杉醇的主要前体化合物，已有成熟方法。本发明工艺的关键步骤在于化合物 3 去 C-7 木糖，因化合物 3 在中等酸性条件和室温下是稳定的，而在加热的酸性条件下，反应产物极其复杂，因此该反应必须在温和条件下进行。本发明解决了这一难题。

7-(1 β -Xylosyl)-10-deacetyltaxol¹ (化合物3)¹的反应

化合物3在催化剂存在下经酸水解一步得到 10-Deacetyltaxol (化合物2), 收率81%。10-Deacetyltaxol (化合物2), C₄₅H₄₉O₁₃N, 白色粉末, EIMS m/z (70 eV) (图3): 526 [M-PhCONH(Ph)CH(OH)COOH]⁺ (2%), 480 (3%), 408 (3%), 286 [PhCONH(Ph)CH(OH)COOH]⁺ (12%), 268 [PhCONH(Ph)CH(OH)COOH-H₂O]⁺ (8%), 241 (7%), 222 (6%), 210 (26%), 193 (7%), 149 (11%), 137 (9%), 122 [PhCOOH]⁺ (20%), 105 [PhCO]⁺ (100%), 91 (16%), 77 [Ph]⁺ (47%); FABMS m/z (图4): 812 [M+1]⁺ (7%), 510 (2%), 317 (3%), 286 [PhCONH(Ph)CH(OH)COOH]⁺ (69%), 268 [PhCONH(Ph)CH(OH)COOH-H₂O]⁺ (9%), 240 (14%), 210 (6%), 149 (3%), 122 [PhCOOH]⁺ (18%), 105 [PhCO]⁺ (100%), 91 (10%), 77 [Ph]⁺ (15%); ¹H NMR [CDCl₃, 400 MHz, δ in ppm referred to the signal of CDCl₃ (δ =7.24 ppm), J in Hz] (图5): 8.07 (2H, d, J=7.4, H₂-3''), 7.70 (2H, d, J=7.4, H₂-7'), 7.58 (1H, t, J=7.4, H-5''), 7.47 (2H, t, J=7.5, H₂-4''), 7.44 (3H, m, H-9' and H₂-2''), 7.33 (5H, m, H₂-8', H₂-3''' and H-4'''), 7.19 (1H, d, J=9.4, 3'-NH), 6.13 (1H, t, J=8.5, H-13), 5.71 (1H, dd, J=8.9, 2.7, H-3'), 5.61 (1H, d, J=7.0, H-2), 5.17 (1H, s, H-10), 4.97 (1H, d, J=9.6, H-5), 4.75 (1H, d, J=3.0, H-2'), 4.24 (1H, ABd, J=8.6, H-20a), 4.18 (1H, m, H-7), 4.14 (1H, ABd, J=8.2, H-20b), 3.91 (1H, d, J=7.0, H-3), 2.46 (1H, m, H-6 α), 2.32 (3H, s, 4-OAc-Me), 2.19 (2H, m, H₂-14), 1.78 (1H, m, H-6 β), 1.72 (3H, s, Me-18), 1.67 (3H, s, Me-19), 1.13 (3H, s, Me-17), 1.04 (3H, s, Me-16); ¹³C NMR [CDCl₃, 100 MHz, δ in ppm referred to the signal of CDCl₃ (δ =77.0 ppm)] (图6): 211.2 (s, C-9), 172.7 (s, C-1'), 170.5 (s, 4-OAc-C=O), 167.3 (s, C-5''), 166.9 (s, C-1''), 138.2 (s, C-12), 138.0 (s, C-6'), 136.2 (s, C-11), 133.6 (s, C-1'''), 133.6 (d, C-5'''), 130.2 (d, C-3''), 129.3 (s, C-2''), 128.9 (d, C-8'), 128.7 (d, C-4'' and C-3'''), 128.3 (d, C-9'), 127.1 (d, C-2'''), 84.2 (d, C-5), 81.2 (s, C-4), 78.7 (s, C-1), 77.2 (t, C-20), 74.9 (d, C-10), 74.5 (d, C-2), 73.3 (d, C-2'), 72.4 (d, C-13), 71.9 (d, C-7), 57.7 (s, C-8), 55.2 (d, C-3'), 46.5 (d, C-3), 43.1 (s, C-15), 36.8 (t, C-14), 35.9 (t, C-6), 26.5 (q, Me-17), 22.5 (q, 4-OAc-Me), 20.7 (q, Me-16), 14.2 (q, Me-18), 9.9 (q, Me-19)。化合物2进一步水解得到 10-Deacetyl baccatin III (化合物4, 得率 75.4%) 和 N-Benzoyl-(2R,3S)-3-

phenylisoserine methyl ester (化合物6, 得率95.3%)。10-Deacetyl baccatin III (化合物4), 白色针状晶体, ^1H NMR [$\text{CDCl}_3:\text{CD}_3\text{OD}$ 1:1, 500 MHz, δ in ppm referred to the signal of TMS ($\delta=0$ ppm), J in Hz] (图7): 8.12 (2H, dd, $J=8.1, 1.1$, $\text{H}_{2-3''}$), 7.62 (1H, t, $\text{H}_{-5''}$), 7.49 (2H, t, $J=8.0$, $\text{H}_{2-4''}$), 5.63 (1H, d, $J=7.0$, H_{-2}), 5.30 (1H, s, H_{-10}), 5.00 (1H, d, H_{-5}), 4.82 (1H, t, H_{-13}), 4.31 (1H, ABd, $J=8.3$, H_{-20a}), 4.29 (1H, m, H_{-7}), 4.23 (1H, ABd, $J=8.3$, H_{-20b}), 3.98 (1H, d, $J=7.0$, H_{-3}), 2.52 (1H, m, $\text{H}_{-6\alpha}$), 2.31 (3H, s, 4-OAc-Me), 2.23 (2H, m, H_{2-14}), 2.06 (3H, d, $J=1.3$, Me-18), 1.85 (1H, m, $\text{H}_{-6\beta}$), 1.73 (3H, s, Me-19), 1.09 (6H, s, Me-16 and Me-17); ^{13}C NMR [$\text{CDCl}_3:\text{CD}_3\text{OD}$ 1:1, 125 MHz, δ in ppm referred to the signal of CDCl_3 ($\delta=77.0$ ppm)] (图8和图9): 170.6 (s, 4-OAc-C=O), 166.6 (s, $\text{C}_{-1''}$), 143.5 (s, C_{-12}), 133.7 (d, $\text{C}_{-5''}$), 133.2 (s, C_{-11}), 129.6 (d, $\text{C}_{-3''}$), 129.4 (s, $\text{C}_{-2''}$), 128.2 (d, $\text{C}_{-4''}$), 84.4 (d, C_{-5}), 80.5 (s, C_{-4}), 78.3 (s, C_{-1}), 76.4 (t, C_{-20}), 74.8 (d, C_{-10}), 74.6 (d, C_{-2}), 71.1 (d, C_{-7}), 66.7 (d, C_{-13}), 57.4 (s, C_{-8}), 46.8 (d, C_{-3}), 42.3 (s, C_{-15}), 38.7 (t, C_{-14}), 36.0 (t, C_{-6}), 26.1 (q, Me-17), 21.9 (q, 4-OAc-Me), 19.5 (q, Me-16), 14.3 (q, C_{-18}), 9.3 (q, Me-19). N-Benzoyl-(2R,3S)-3-phenylisoserine methyl ester (化合物), 白色针状晶体, EIMS m/z (70 eV) (图10): 300 $[\text{M}+1]^+$ (100%), 282 $[\text{M}-\text{H}_2\text{O}+1]^+$ (30%), 240 $[\text{M}-\text{COOMe}]^+$ (20%), 222 $[\text{M}-\text{COOMe}-\text{H}_2\text{O}]^+$ (100%), 210 $[\text{PhCHNHCOPh}]^+$ (61%), 193 $[\text{M}-\text{PhCO}-\text{H}]^+$ (7%), 105 $[\text{PhCO}]^+$ (53%), 91 (7%), 77 $[\text{Ph}]^+$ (27%); ^1H NMR [CDCl_3 , 500 MHz, δ in ppm referred to the signal of TMS ($\delta=0$ ppm), J in Hz] (图11): 7.78 (2H, dd, $J=7.2, 1.1$, $\text{H}_{2-7'}$), 7.52 (1H, t, $J=7.2$, $\text{H}_{-9'}$), 7.48 (2H, m, $\text{H}_{2-2''}$), 7.45 (2H, m, $\text{H}_{2-8'}$), 7.38 (2H, t, $J=7.3$, $\text{H}_{2-3''}$), 7.31 (1H, t, $\text{H}_{-4''}$), 7.04 (1H, d, $J=9.0$, $3'-\text{NH}$), 5.76 (1H, dd, $J=9.0, 1.5$, $\text{H}_{-3'}$), 4.64 (1H, d, $J=2.0$, $\text{H}_{-2'}$), 3.85 (3H, s, OMe); ^{13}C NMR [CDCl_3 , 125 MHz, δ in ppm referred to the signal of CDCl_3 ($\delta=77.0$ ppm)] (图12): 173.4 (s, $\text{C}_{-1'}$), 166.9 (s, $\text{C}_{-5'}$), 138.7 (s, $\text{C}_{-6'}$), 134.0 (s, $\text{C}_{-1''}$), 131.8 (d, $\text{C}_{-4''}$), 128.7 (d, $\text{C}_{-8'}$), 128.6 (d, $\text{C}_{-3''}$), 127.1 (d, $\text{C}_{-7'}$), 126.9 (d, $\text{C}_{-2''}$), 73.2 (d, $\text{C}_{-2'}$), 54.8 (d, $\text{C}_{-3'}$), 53.3 (q, OMe).

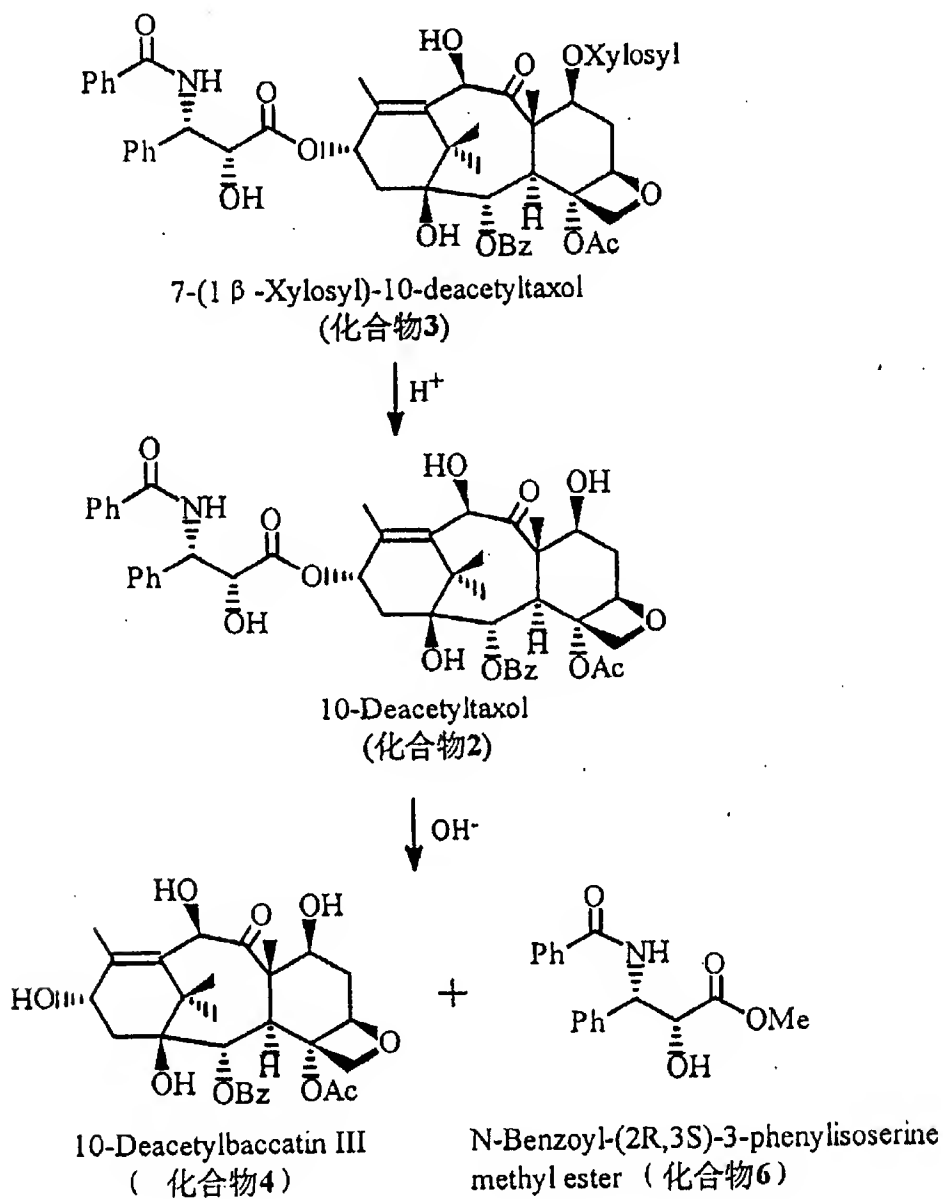


图 1

File:1029E Ident:571_576 Win 1000PPM Acq:29-OCT-1997 13:05:45 +42:22 Cal:971029E
 AutoSpec EI+ Magnet BpM:105 BpI:18414250 TIC:149464800 Flags:HALL
 File Text:Rel1000 70eV

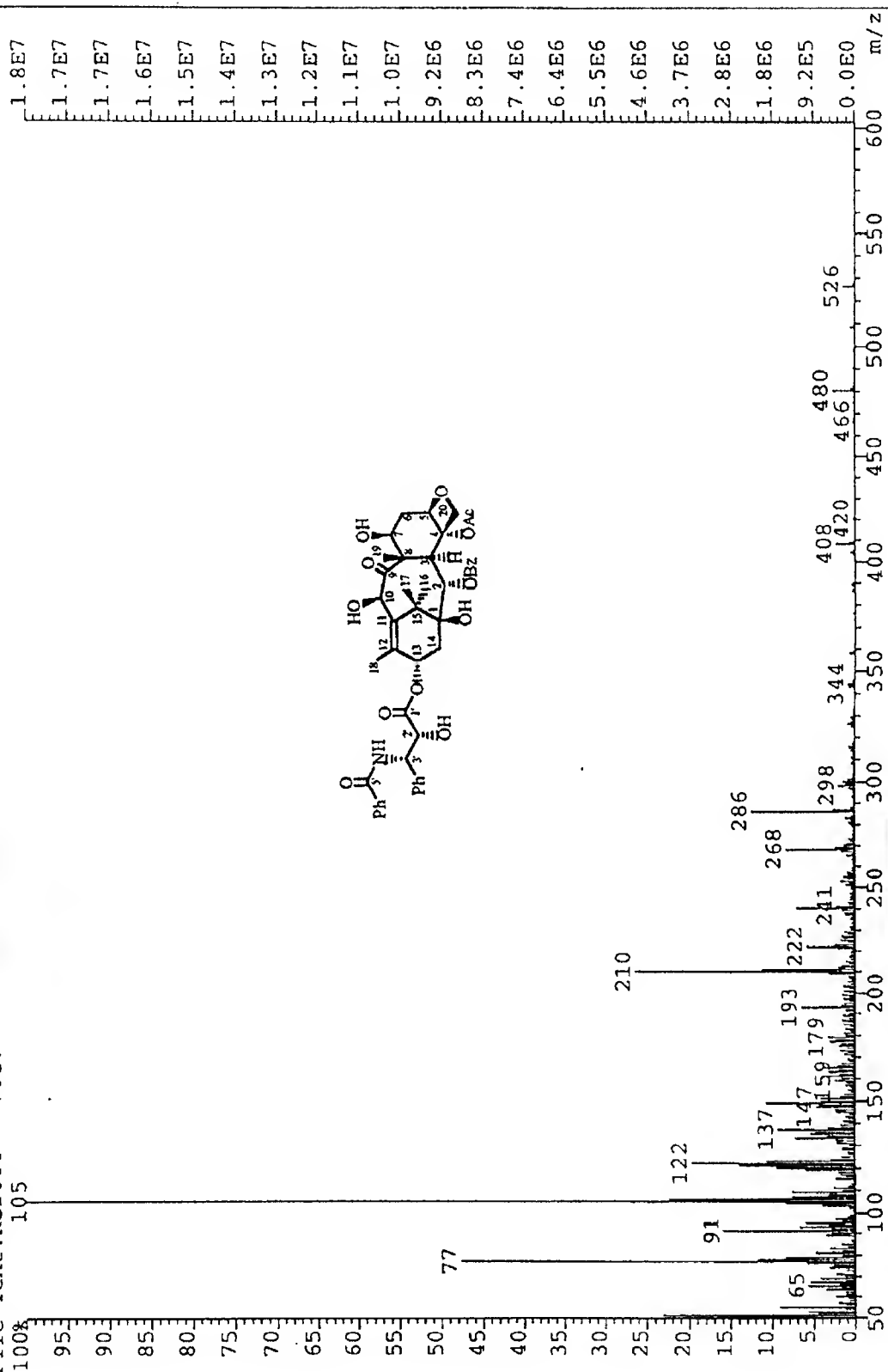


图2. 化合物2的EIMS谱图

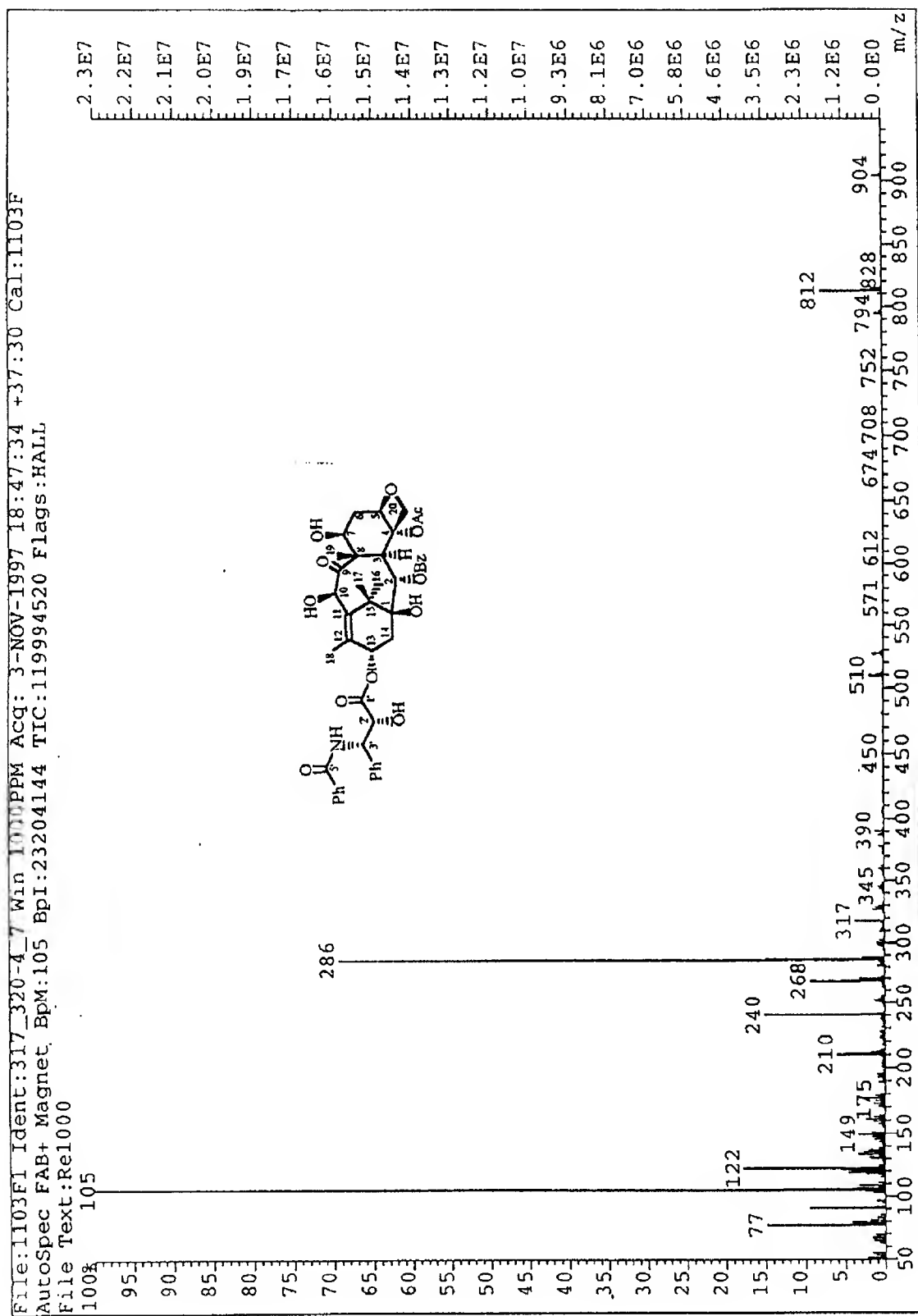


图3、化合物2的FABMS谱图

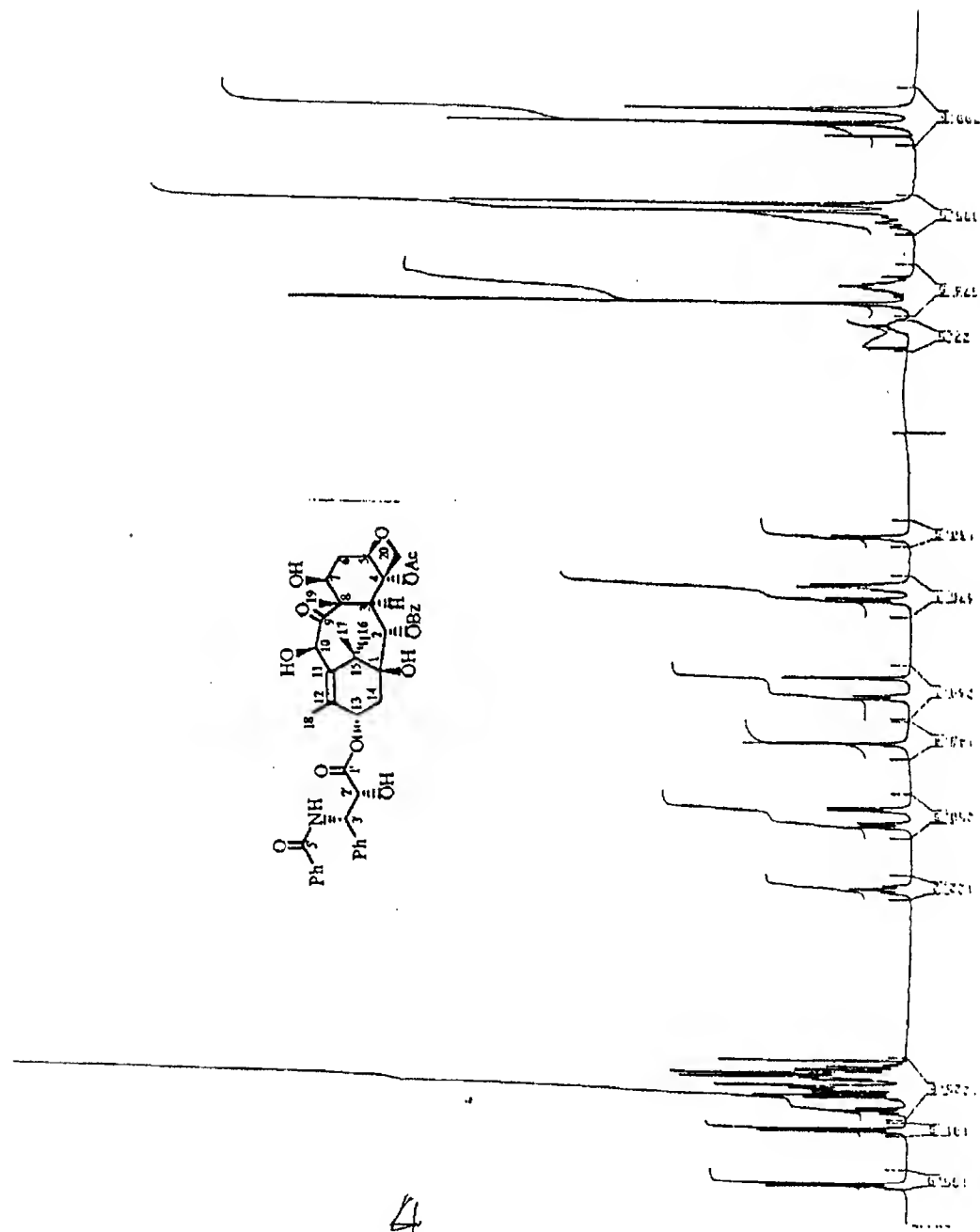


图4. 化合物2的¹H NMR谱图

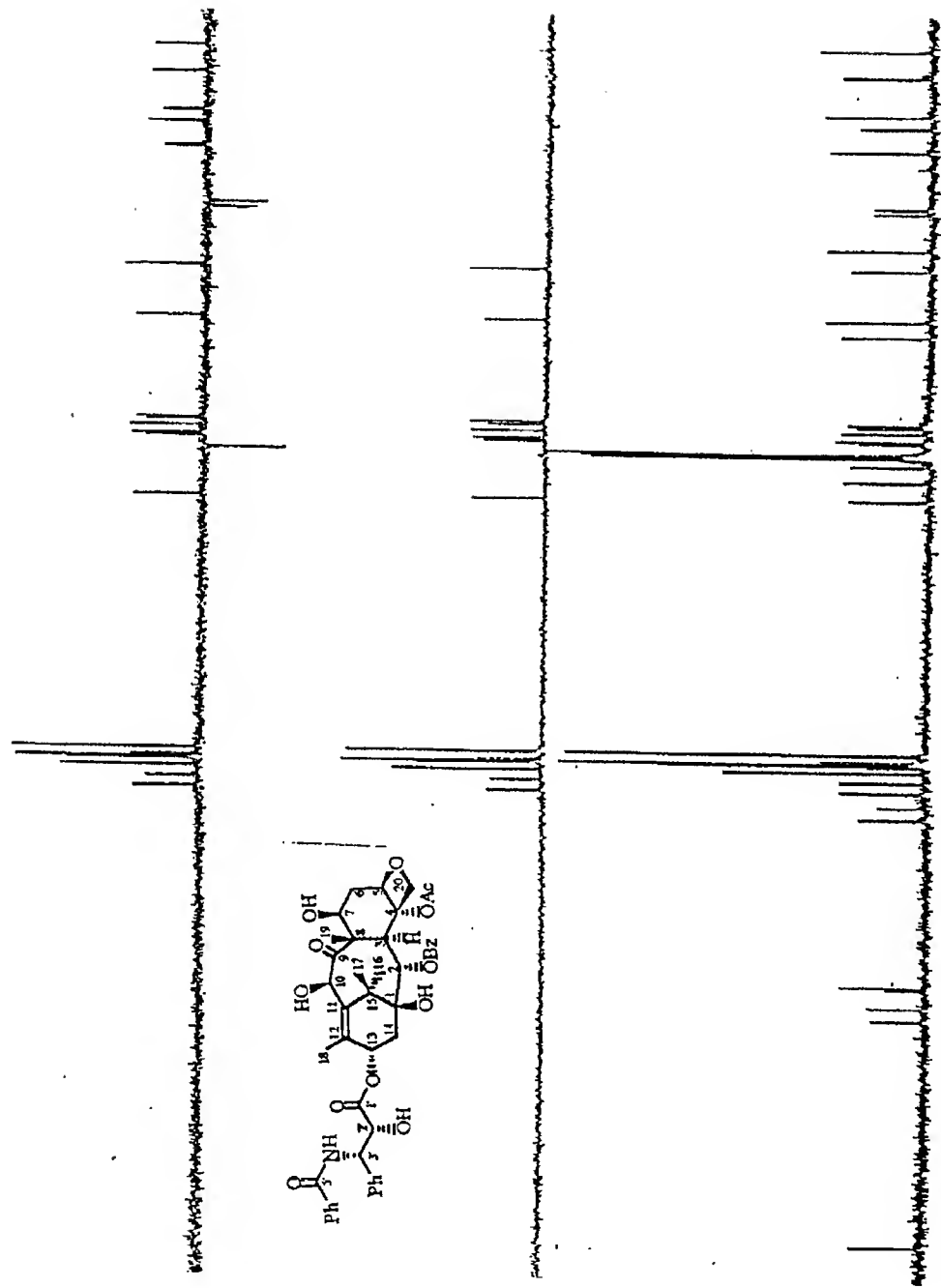


图5. 化合物2的 ^{13}C NMR和DEPT谱图

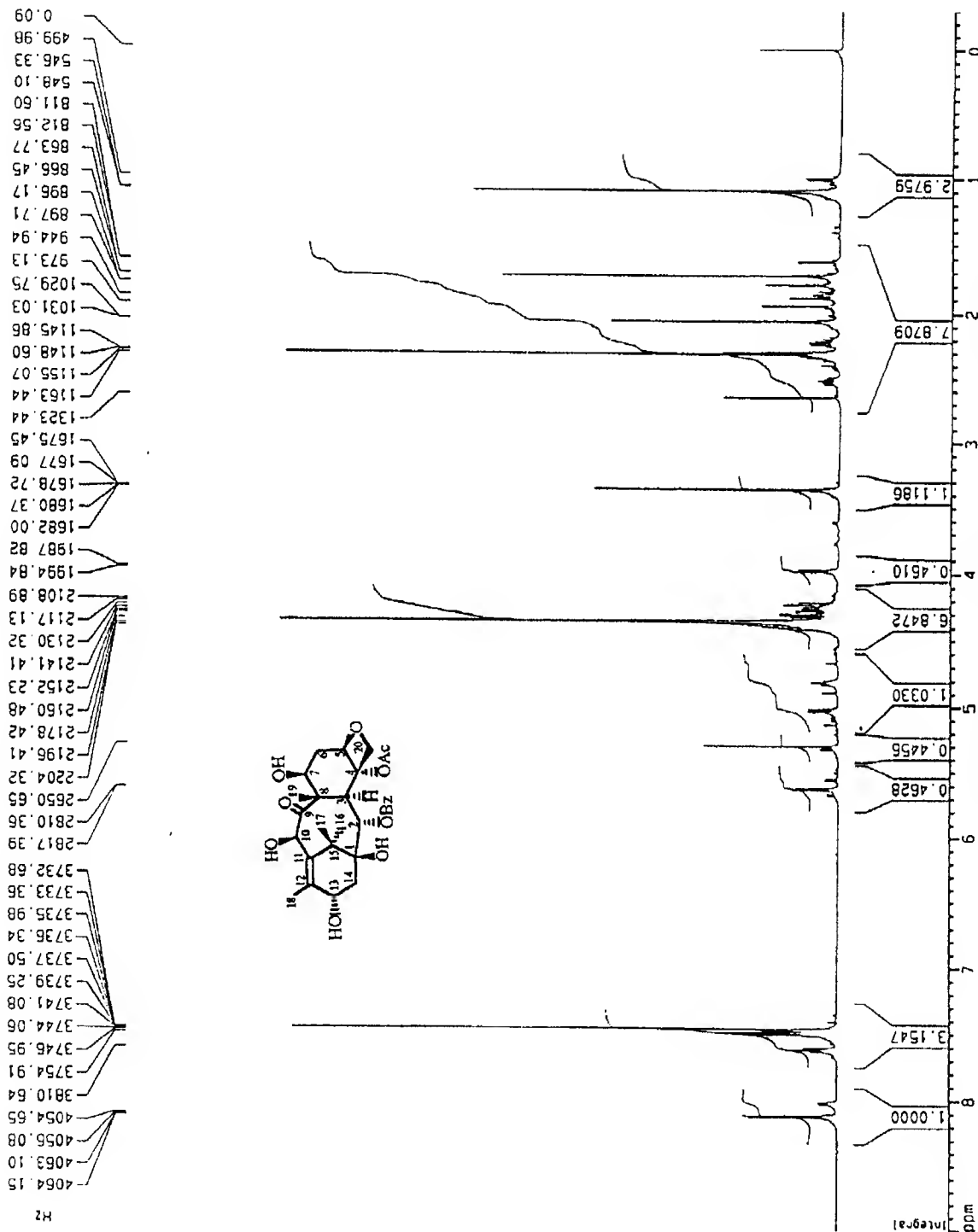


图6、化合物4（从化合物3合成）的¹H NMR谱图

Kunming institute of botany sample RPAFRA1 13C (cdcl3+MEOH)

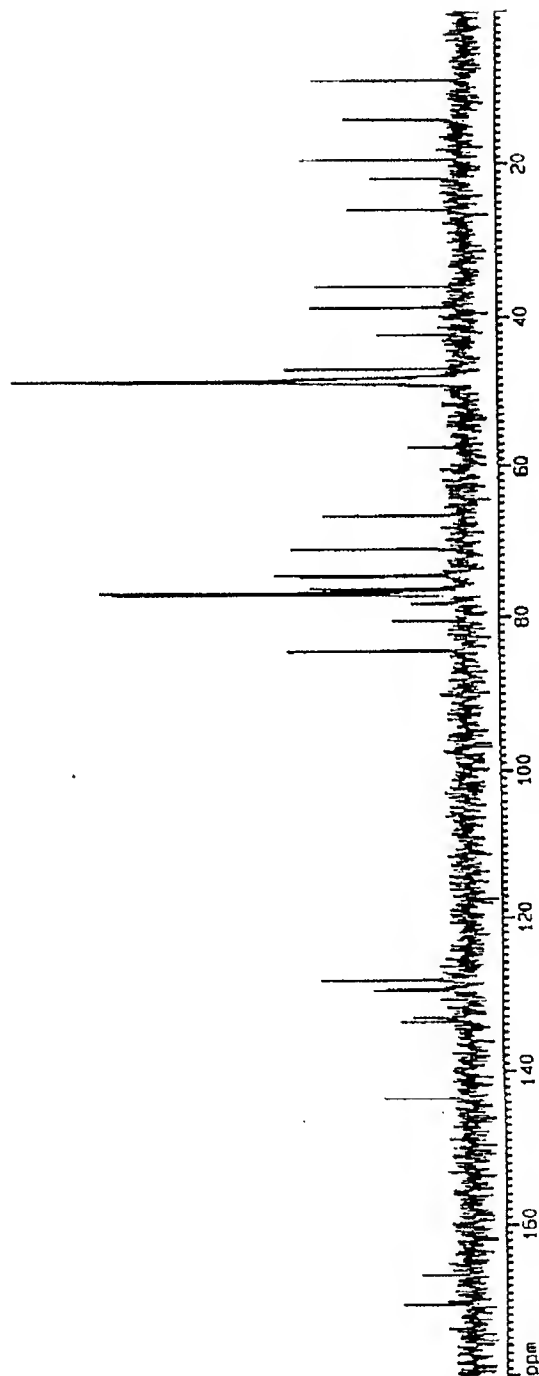
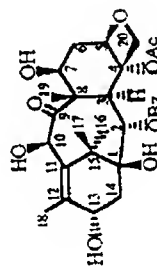
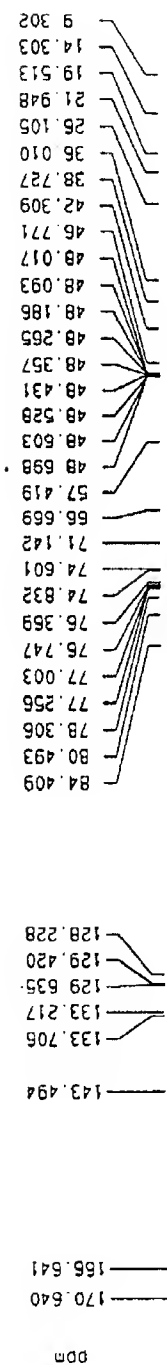


图7、化合物4 (从化合物3合成) 的¹³C NMR谱图

Current Data Parameters
 Name: RPAFRA1
 ExpNo: 2
 PROCNO: 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_: 5/11/11
 Time: 9:47
 INSTRUM: drs500
 PROBHD: 5 mm Nal/1H/13
 PULPROG: zgpg30
 TO: 655.36
 SOLVENT: CDCl3
 NS: 1000
 DS: 0
 SWH: 27777.277 Hz
 FIDRES: 0.423855 Hz
 AQ: 1.1796980 sec
 PC: 9195.2
 Dq: 18.000 usec
 DE: 4.50 usec
 TE: 300.0 K
 D11: 0.03000000 sec
 AL12: 22.00 dB
 CPOPRG2: waltz16
 PCPO2: 100.00 usec
 PCPO3: 500.1319005 MHz
 NU2: 1H
 AL2: -1.00 dB
 O1: 2.00000000 sec
 P1: 13.60 usec
 DE: 4.50 usec
 SF01: 175.1709436 MHz
 NUC1: 13C
 PC1: -1.00 dB

F2 - Processing parameters
 S1: 32768
 SF: 125.1563161 MHz
 WDW: EM
 SSF: 0
 LB: 4.00 Hz
 GB: 0
 DB: 0.70
 PC: 2

Kunming Institute of Botany sample RPAFRA1 13C+DEPT90+DEPT135
(cdc13+MEOH)

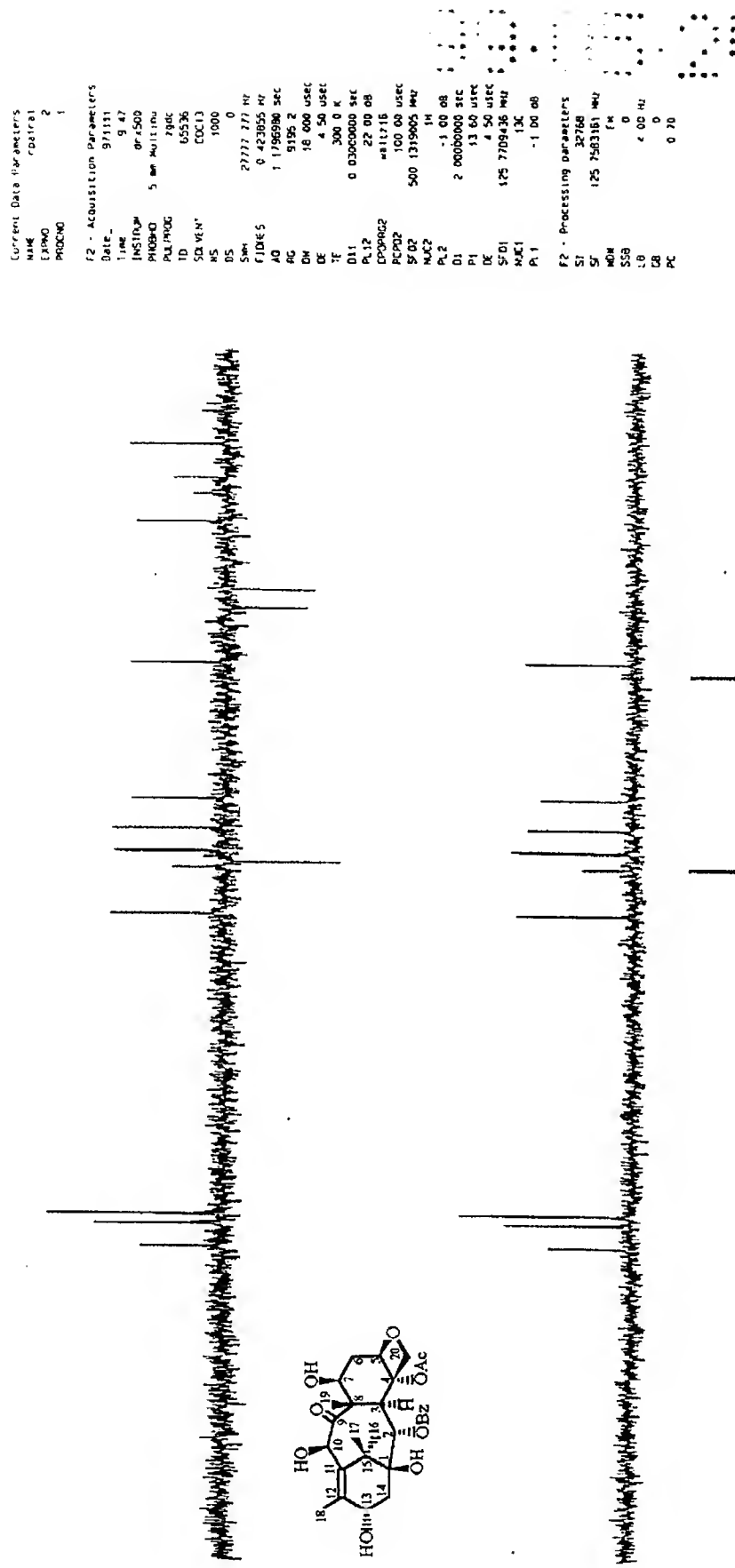


图8、化合物4（从化合物3合成）的DEPT谱图

File:1029E Ident:841_843 Win 1000PPM Acq:29-OCT-1997 13:05:45 +1:02:10 Cal:971029E
 AutoSpec EI+ Magnet:BPM:222 BpI:31217920 TIC:279952832 Flags:HALL
 File Text:Rel1000 70eV

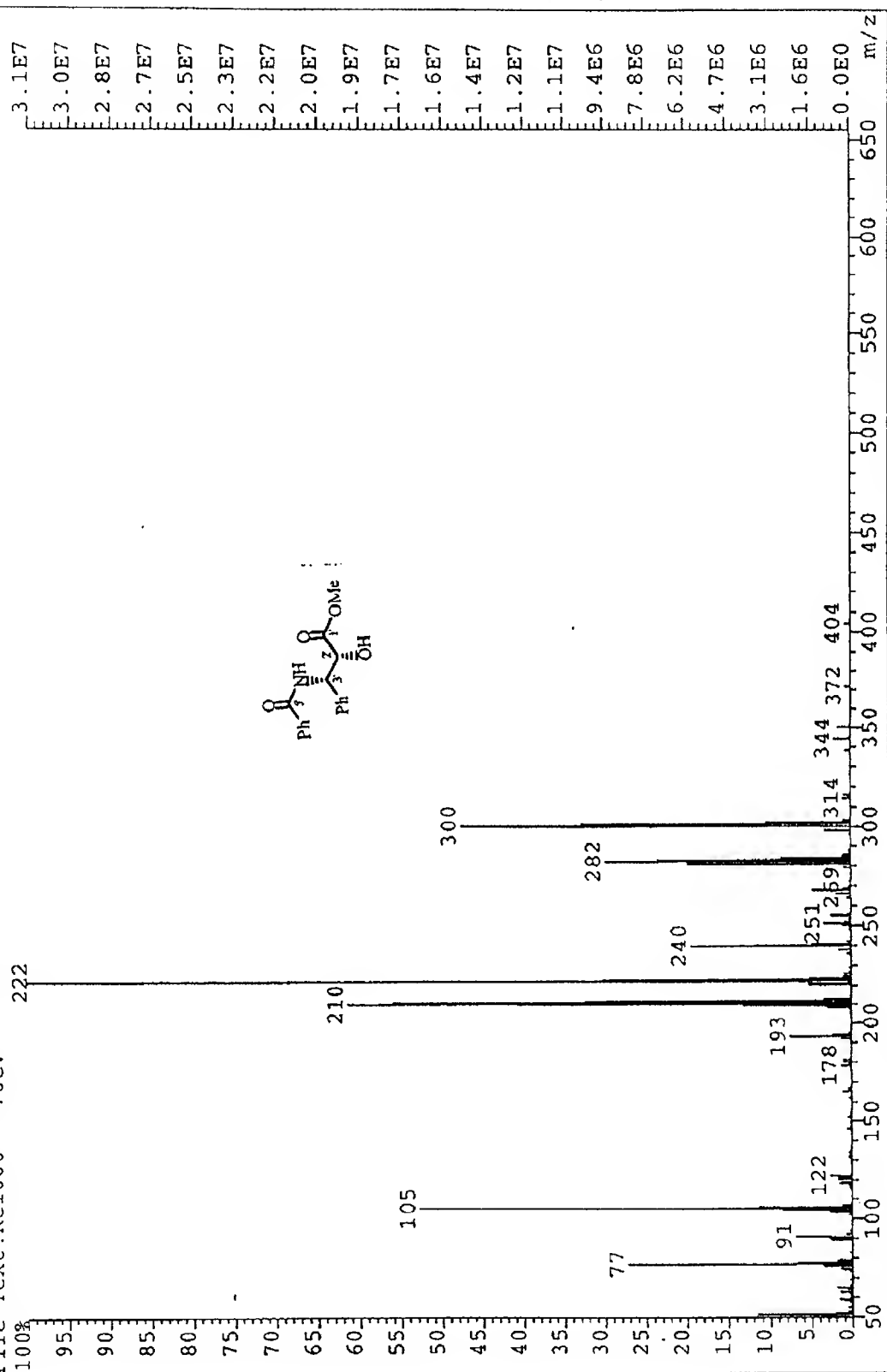
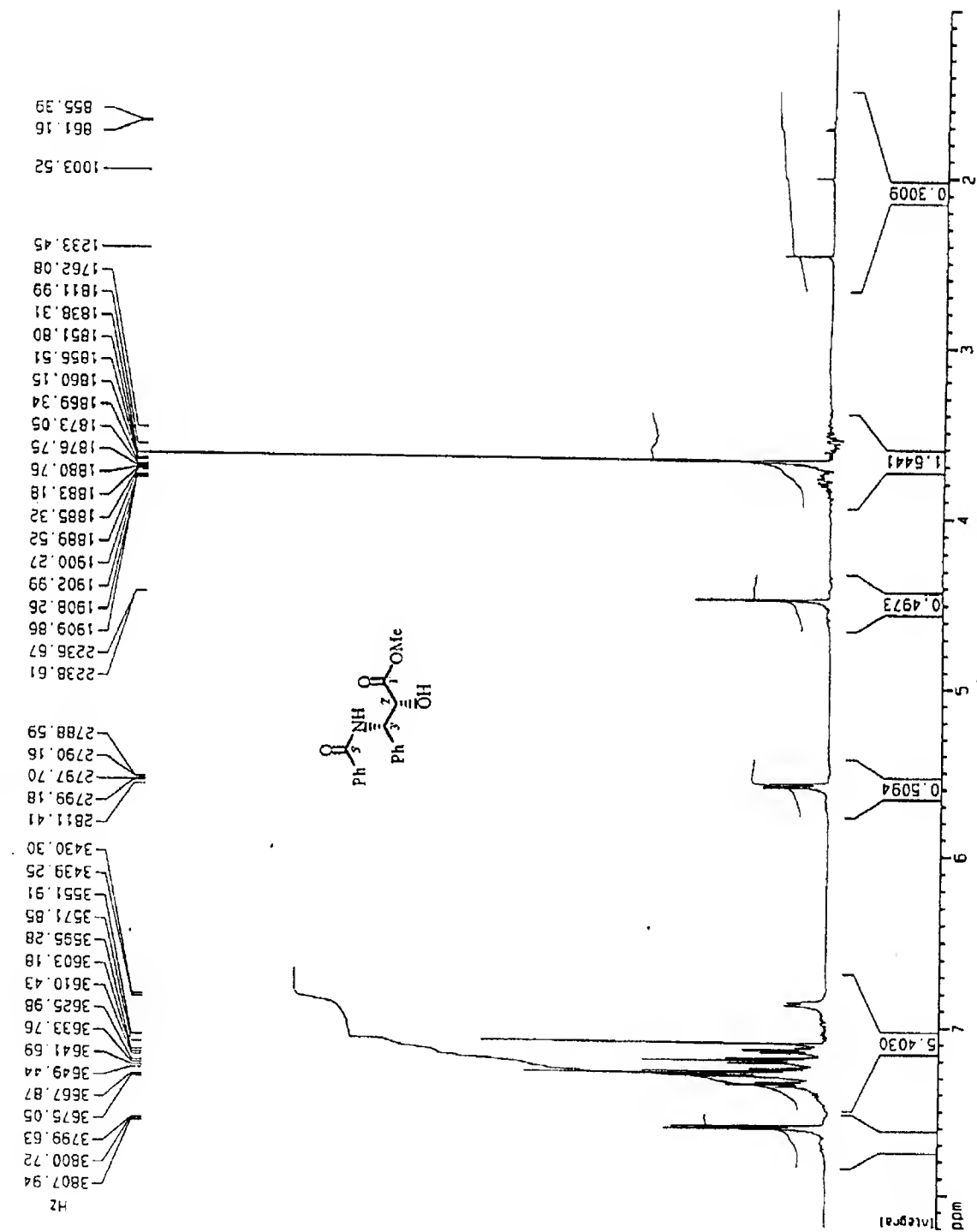


图 3、化合物6的EIMS谱图

kunming institute of botany sample RPAFRAI 1H (cdcl3)



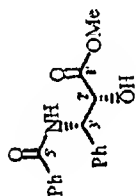
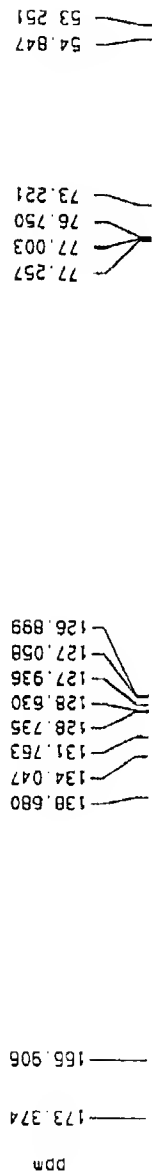
Current Data Parameters
NAME rpaifra2
EXPNO 1
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 971111
Time 7 22
INSTRUM drx500
PROBHD 5 mm Multinu
PULPROG zg
TD 32768
SOLVENT cdcl3
NS 1
DS 0
SWH 5000.000 Hz
FIDRES 0.152568 Hz
AQ 3.2768500 sec
RG 64
DK 100 000 usec
DE 4.50 usec
TE 300 0 K
D1 2 00000000 sec
P1 8 80 usec
DE 4.50 usec
SFO1 500 1322506 MHz
NUC1 1H
PL1 -1 00 00

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 500 1300932 MHz
WDW no
SSB 0
LB 0 00 Hz
GB 0
PC 0 70

图10. 化合物6的¹H NMR谱图

kunming institute of botany sample RPAFRA2 13C (cdcl3)



Current Data Parameters
NAME RPAFRA2
EXPNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 9/11/11
Time 2:12
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm HLL1176
PULPROG zgpg30
TD 65536
SOLVENT CDCl3
NS 509
DS 0
SWH 27777.772 Hz
FIDRES 0.423055 Hz
AQ 1.156080 sec
RG 8192
DA 18.000 usec
DE 4.50 usec
TE 300.0 K
D11 0.02000000 sec
R12 22.00 dB
COPROG2 waltz16
PCPD2 100.00 usec
SF02 500.1319005 MHz
NUC2 1H
R12 -1.00 dB
P1 2.00000000 sec
P1 13.60 usec
DE 4.50 usec
SF01 125.7699436 MHz
NUC1 13C
R11 -1.00 dB
P1 3

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 125.7577931 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 4.00 Hz
GB 0
PC 0.70

图11. 化合物6的¹³C NMR谱图